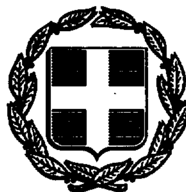




ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ

ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ Αρ. Φύλλου **900**

6 Δεκεμβρίου 1994

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ ΚΑΙ ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. Υ6α/7880 (1)

Τροποποίηση του ΠΔ 40/28.2.91 «Περί προσαρμογής της Ελληνικής Νομοθεσίας στον τομέα των καλλυντικών προς την Κοινοτική οδηγία 76/768/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 27ης Ιουλίου 1976 σύμφωνα με την οδηγία 93/47/ΕΟΚ.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ ΚΑΙ ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡΟΝΟΙΑΣ ΚΑΙ ΚΟΙΝ. ΑΣΦΑΛΙΣΕΩΝ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις:

α) Του αρ. 1 παρ. 1 και 3 Ν. 1338/83 «περί εφαρμογής του Κοινοτικού δικαίου (ΦΕΚ 34/Α/17.3.83) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 του Ν. 1440/84 (ΦΕΚ 70Α) καθώς και του άρθρου 65 του Ν. 1892/90 (ΦΕΚ 101/Α/90).

β) Των αρ. 14 παρ. 4 και 2 παρ. 2 περ. ια του Ν. 1316/1983 «ίδρυση, οργάνωση και αρμοδιότητες του Εθνικού Οργανισμού Φαρμάκων (ΕΟΦ) της Εθνικής Φαρμακοβιομηχανίας (Ε.Φ.) της Εθνικής Φαρμακαποθήκης (Κ.Φ.) και τροποποίηση και συμπλήρωση της φαρμακευτικής Νομοθεσίας και άλλες διατάξεις (ΦΕΚ 3/Α/11.1.83) όπως τροποποιήθηκαν και συμπληρώθηκαν από τις διατάξεις του άρθρου 1 του Ν. 1965/91 (ΦΕΚ 146/Α/91).

2. Την οδηγία 93/47/ΕΟΚ για την προσαρμογή στην τεχνική πρόοδο των παραρτημάτων II,III,V,VI,VII της οδηγίας 76/768Β/ΕΟΚ η οποία εναρμονίσθηκε με το ΠΔ 40/28.1.91 (ΦΕΚ 23/Α/91).

3. Την αρ. 0–502/10/13.6.94 εισήγηση του ΕΟΦ.

4. Την υπ' αριθμ. ΔΥ3α/οικ. 370/13.7.94 Κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και του Υπουργού Υγείας, Πρόνοιας και Κοιν. Ασφαλίσεων «Ανάθεση αρμοδιοτήτων στους Υφυπουργούς Υγείας, Πρόνοιας και Κοιν. Ασφαλίσεων» (ΦΕΚ Β/550/94).

5. Τις διατάξεις του άρθρ. 29Α του Ν. 1558/85 (ΦΕΚ Α/137) όπως το άρθρο αυτό προστέθηκε με το άρθρο 27 του Ν. 2081/92 (ΦΕΚ 154/Α') και το γεγονός ότι από την παρούσα απόφαση δεν προκαλείται δαπάνη σε βάρος του Κρατικού Προϋπολογισμού, αποφασίζουμε:

Άρθρο 1

Σκοπός

Οι διατάξεις της παρούσης αποσκοπούν στην προσαρμογή της Ελληνικής Νομοθεσίας, στον τομέα των καλλυντικών προϊόντων, προς την αντίστοιχη κοινοτική οδηγία 93/47/ΕΟΚ που αποτελεί την δέκατη έκτη οδηγία για την προσαρμογή στην τεχνική πρόοδο των παραρτημάτων II, III, V, VI, VII της οδηγίας 76/768Β/ΕΟΚ του Συμβουλίου, περί προσεγγίσεως των Νομοθεσιών των Κρατών Μελών σχετικά με τα καλλυντικά προϊόντα (ΕΕΕΚ 1203/1993) και η οποία έχει ενσωματωθεί στην Ελληνική Νομοθεσία με το ΠΔ 40/91 (ΦΕΚ 23/Α/91).

Άρθρο 2

Το Π.Δ. 40/91 τροποποιείται ως εξής:

1. Στο παράρτημα II προστίθεται ο ακόλουθος αριθμός:

«412 4-αμινο-2-νιτροφαινόλη».

2. Στο παράρτημα III, πρώτο μέρος:

α) Στους αύξοντες αριθμούς 8, 9 και 10 προστίθεται η φράση «Να χρησιμοποιούνται κατάλληλα γάντια» στο στοιχείο δ) της στήλης ζ).

β) Στον αριθμό 12 στη στήλη ζ) προστίθεται η φράση: «α) Να χρησιμοποιούνται κατάλληλα γάντια».

3. Στο παράρτημα III, δεύτερο μέρος, προστίθενται οι ακόλουθοι αριθμοί:

α	β	γ	δ	ε	ζ	η
α1	Υπεροξείδιο του στροντίου	Προϊόντα περιποίησης των μαλλιών που ξεπλένονται, επαγγελματική χρήση	4,5% υπολογιζόμενο σε στρόντιο, στο έτοιμο για χρήση προϊόν	Όλα τα προϊόντα πρέπει να ανταποκρίνονται στις απαιτήσεις διάσπασης του υπεροξειδίου του υδρογόνου	-Επαγγελματική χρήση -Να αποφεύγεται η επαφή με τα μάτια -να ξεπλένονται αμέσως τα μάτια εάν έλθουν σε επαφή με το προϊόν	30.6.1994»

α	β	γ	δ	ε	ζ	η
α3	Φαινολοφθαλείνη ( ) [3,3 - δις(4 - υδροφαινυλο)φθαθαλίδιο]	Οδοντόπαστες	0,04%			30.6.94»

4. Στο παράρτημα V στον αύξοντα αριθμό 5, μετά τις λέξεις «Παράρτημα III (πρώτο μέρος)» προστίθεται η φράση «του υπεροξειδίου του στροντίου υπό τους όρους που προβλέπονται στο παράρτημα III δεύτερο μέρος αύξω αριθμό 1.

5. Στο παράρτημα VI, δεύτερο μέρος, η ημερομηνία «30ης Ιουνίου 1993» αντικαθίσταται από την ημερομηνία «30ής Ιουνίου 1994» για τους αύξοντες αριθμούς 2, 15, 16, 21, 26, 27, 28, 29 και 30.

6. Στο παράρτημα VII, πρώτο μέρος:

α) προστίθεται ο ακόλουθος αύξων αριθμός:

α	β	γ	δ	ε
α8	1-(4-τερτ-βουτυλοφαινυλο)-3-(4-μεθοξυφαινυλο)προπανο-1.3-διόνη	5%»		

β) ο αύξων αριθμός 5 διαγράφεται.

7. Στο παράρτημα VIII, δεύτερο μέρος:

α) προστίθεται ο ακόλουθος αύξων αριθμός:

α	β	γ	δ	ε	ζ
α33	3-ιμαδαζολ - 4 - υλακρυλικό οξύ και αιθυλικός εστέρας του	2% υπολογιζόμενο σε οξύ			30.6.1994»

β) Ο αύξων αριθμός 31 διαγράφεται.

γ) η ημερομηνία «30ής Ιουνίου 1993» αντικαθίσταται από την ημερομηνία «30ής Ιουνίου 1994» για τους αύξοντες αριθμούς 2, 5, 6, 12, 13, 17, 24, 25, 26, 28, 29 και 32.

Άρθρο 3

Με την επιφύλαξη των ημερομηνιών που αναφέρονται στο άρθρο 2 από την 1η Ιουλίου 1994, όσον αφορά τις ουσίες που απαριθμούνται στο άρθρο 2, οι παραγωγοί και οι εισαγωγείς δεν μπορούν να διαθέτουν στην αγορά προϊόντα που δεν πληρούν τις διατάξεις της παρούσας Υπουργικής Απόφασης.

2. Μετά τις 30 Ιουνίου 1995, τα προϊόντα που αναφέρονται στην προηγούμενη παράγραφο 1 και περιέχουν τις ουσίες που απαριθμούνται στο άρθρο 2 της παρούσας απόφασης θα πωλούνται και θα χορηγούνται στον τελικό καταναλωτή υπό την προϋπόθεση ότι πληρούν τις διατάξεις της παρούσας Υπουργικής Απόφασης.

Άρθρο 4

Η ισχύς της παρούσας Υπουργικής Απόφασης αρχίζει από τις 30 Ιουνίου 1994.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 26 Σεπτεμβρίου 1994

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ — Γ. ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΥΦΥΠ. ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡ. & ΚΟΙΝ. ΑΣΦ/ΣΕΩΝ — ΝΙΚ. ΦΑΡΜΑΚΗΣ

Αριθ. Υ6α/7841 (2)

Συμπλήρωση της Κοινής Υπουργικής Απόφασης Α6/11335/27.12.85 «Εφαρμογή Κοινοτικών Πράξεων που αφορούν καλλυντικά προϊόντα» με σκοπό την εναρμόνιση της Ελληνικής Νομοθεσίας καλλυντικών προϊόντων προς την Κοινοτική οδηγία 93/73/ΕΟΚ της Επιτροπής Ε.Κ. σχετικά με τις χρησιμοποιούμενες μεθόδους κατά τον έλεγχο της σύνθεσης των καλλυντικών προϊόντων.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ ΚΑΙ ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡΟΝΟΙΑΣ ΚΑΙ ΚΟΙΝ. ΑΣΦΑΛΙΣΕΩΝ

Έχοντας υπόψη:

1. Τις διατάξεις

α) Του αρ. 1 παρ. 1 και 3 του Ν. 1338/83 «περί εφαρμογής του Κοινοτικού δικαίου (ΦΕΚ 34/Α'/83) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 του Ν. 1440/84 (ΦΕΚ 70/Α/84) «Συμμετοχή της Ελλάδος στο κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρ. Τράπεζας επενδύσεων στο Κεφάλαιο της Ευρ. Κοινότητας Άνθρακος και Χάλυβος του Οργανισμού Εφοδιασμού της ΕΥΡΑΤΟΜ καθώς και του άρθρου 65 του Ν. 1982/90 (ΦΕΚ Α/101/90).

β) Των άρθρων 2 παρ. 2 περ. 1α και 14 παρ. 4 τον Ν. 1316/83 «Ίδρυση Οργάνωση και αρμοδιότητες του Εθνικού Οργανισμού Φαρμάκων (ΕΟΦ) της Κρατικής Φαρμακαποθήκης (Κ.Φ.) και τροποποίηση της Φαρμακευτικής Νομοθεσίας και άλλες διατάξεις (ΦΕΚ 3/Α/11.1.83) όπως τροποποιήθηκαν και συμπληρώθηκαν από τις διατάξεις του άρθρ. 1 και 5 του Ν.1965/94 (ΦΕΚ Α/146).

2. Την οδηγία 93/73/ΕΟΚ (Ε.Ε.Ε. Κ. 1231/14.9.1993) για τις μεθόδους ελέγχου καλλυντικών προϊόντων.

3. Την αρ. Ο–503/10/13.6.94 εισήγηση του ΕΟΦ.

4. Την υπ' αριθμ. ΔΥ3α/οικ. 370/94 Κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και Υπουργού Υγείας, Πρόνοιας και Κοιν. Ασφαλίσεων «Ανάθεση αρμοδιοτήτων στους Υφυπουργούς Υγείας, Πρόνοιας και Κοιν. Ασφαλίσεων» (ΦΕΚ Β/550/94).

6. Το άρθρο 29Α του Ν. 1558/85 (ΦΕΚ Α/137) όπως προστέθηκε με το άρθρο 27 του Ν. 2081/92 (ΦΕΚ Α'/

154) και το γεγονός ότι από την παρούσα απόφαση δεν προκαλείται δαπάνη σε βάρος του Κρατικού Προϋπολογισμού, αποφασίζουμε:

Άρθρο 1

Σκοπός

Με τις διατάξεις της παρούσας Υπουργικής απόφασης συμπληρώνεται η Υπουργική Απόφαση Α6Γ/11335/27.12.85 (ΦΕΚ Β' 105/86) σε συμμόρφωση προς την οδηγία 93/73/ΕΟΚ (Ε.Ε.Ε.Κ. 1231/14.9.93) της Επιτροπής Ε.Κ. σχετικά με τις χρησιμοποιούμενες μεθόδους κατά τον έλεγχο της σύνθεσης των καλλυντικών προϊόντων.

Άρθρο 2

Ο αναγνωρισμένος έλεγχος των καλ/κών προϊόντων για:

– Την ανίχνευση και τον ποσοτικό προσδιορισμό του νιτρικού αργύρου.

– Την ανίχνευση και τον ποσοτικό προσδιορισμό του θειούχου σεληνίου στα σαμπουάν κατά της πυτιρίδας

– Τον ποσοτικό προσδιορισμό του βαρίου και του στροντίου στις λάκ και στις χρωστικές ουσίες

– Την ανίχνευση και τον ποσοτικό προσδιορισμό της βενζυλικής αλκοόλης

– Την ανίχνευση του ζιρκονίου, του αλουμινίου και του χλωρίου στα μη αεροζόλ αποσμητικά σώματος

– Την ανίχνευση και τον ποσοτικό προσδιορισμό της εξαμιδίνης, της διβρωμοεξαμιδίνης, της διβρωμοπροπαμιδίνης και της χλωροεξιδίνης.

Πραγματοποιείται σύμφωνα με τις μεθόδους που περιγράφονται στο παράρτημα της παρούσας Υπουργικής Απόφασης.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΝΙΤΡΙΚΟΥ ΑΡΓΥΡΟΥ ΣΤΑ ΚΑΛΛΥΝΤΙΚΑ ΠΡΟΪΟΝΤΑ

Α' Ανίχνευση

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η παρούσα μέθοδος περιγράφει την ανίχνευση του νιτρικού αργύρου ως αργύρου σε υδατικά καλλυντικά προϊόντα.

2. Αρχή της μεθόδου.

Ο άργυρος ανιχνεύεται από το χαρακτηριστικό λευκό ίζημα που σχηματίζει με χλωριούχα ιόντα.

3. Αντιδρασήρια.

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος: 2Μ.

3.2. Διάλυμα αμμωνίας: αραίωση πυκνού διαλύματος αμμωνίας (d=0,88 g/ml) με ίση ποσότητα νερού και ανάμιξη.

3.3. Διάλυμα νιτρικού οξέος (2Μ).

4. Εξοπλισμός.

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

4.2. Φυγόκεντρος.

5. Τρόπος εργασίας.

5.1. Σε 1g περίπου δείγματος, που έχει τοποθετηθεί σε σωλήνα φυγοκέντρισης, προστίθεται διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 2Μ (3,1) στάγδην μέχρις ότου η καθίζηση ολοκληρωθεί· ακολουθεί ανάμειξη και φυγοκέντριση.

5.2. Απομακρύνεται το υπερκείμενο υγρό και το ίζημα εκπλύνεται μία φορά με 5 σταγόνες κρύνου νερού. Τα υγρά της έκπλυσης απορρίπτονται.

5.3. Στο σωλήνα προστίθεται ίσος όγκος νερού με τον όγκο του ιζήματος. Το νερό θερμαίνεται μέχρι βρασμού και αναδεύεται.

5.4. Το μείγμα φυγοκεντρείται εν θερμώ και απομακρύνεται το υπερκείμενο υγρό.

5.5. Στο ίζημα προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος αμμωνίας (3,2) και ακολουθεί ανάμειξη και φυγοκέντριση.

5.6. Μία σταγόνα του υπερκείμενου υγρού φέρεται σε γυάλινη αντικειμενοφόρο πλάκα και προστίθεται μερικές σταγόνες διαλύματος νιτρικού οξέος 2Μ (3,3).

5.7. Η εμφάνιση λευκού ιζήματος δείχνει την παρουσία αργύρου.

Β. Προσδιορισμός

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η παρούσα μέθοδος είναι κατάλληλη για τον προσδιορισμός του νικτρικού αργύρου ως αργύρου σε καλλυντικά προϊόντα που προορίζονται για τη βαφή των βλεφαρίδων ή των φρυδιών.

2. Αρχή της μεθόδου.

Ο άργυρος προσδιορίζεται στο προϊόν με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια.

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Διάλυμα νιτρικού οξέος (0,02 Μ).

3.2. Πρότυπα διαλύματα αργύρου.

3.2.1. Μητρικό διάλυμα αργύρου 1 000 mg/ml σε διάλυμα νιτρικού οξέος 0,05 Μ (Spectrosol ή ισοδύναμο).

3.2.2. Πρότυπο διάλυμα αργύρου (100 mg/ml): 10 ml μητρικού διαλύματος αργύρου (3.2.1.) μεταφέρονται με σιφώνιο σε ογκομετρική φιάλη 100 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα νιτρικού οξέος 0,02 Μ (3.1) και γίνεται ανάμειξη. Αυτό το πρότυπο διάλυμα θα πρέπει να είναι πρόσφατα παρασκευασμένο και αποθηκευμένο σε γυάλινη φιάλη σκούρου χρώματος.

4. Εξοπλισμός.

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

4.2. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εφοδιασμένο με λυχνία αργύρου κοίλης καθόδου.

5. Τρόπος εργασίας.

5.1. Παρασκευή δείγματος.

Ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,1 g (m gram) ομοιογενούς δείγματος του προϊόντος μεταφέρονται σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπλρώνεται ο όγκος με διάλυμα νιτρικού οξέος 0,02 Μ (3.1) και ακολουθεί ανάμειξη.

5.2. Συνθήκες για την ατομική απορρόφηση.

Μήκος κύματος: 338,3 nm.

φλόγα: άερας/ακετυλένιο.

Υποβιβασμός στάθμης θορύβου (background correction): ναι.

Συνθήκες καυσίμου: χαμηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο· για την επίτευξη της μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση.

5.3.1. Σε σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml φέροντες με σιφώνιο 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 και 5,0 ml από το πρότυπο διάλυμα αργύρου (3.2.2.). Ο όγκος σε κάθε φιάλη συμπληρώνεται με διάλυμα νιτρικού οξέος 0,02 M (3,1) και ακολουθεί ανάμειξη. Τα διαλύματα που λαμβάνονται με τον τρόπο αυτό, περιέχουν 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 και 5,0 mg αργύρου ανά ml αντίστοιχα.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση ποσότητας διαλύματος νιτρικού οξέος 0,02 M (3,1) και χρησιμοποιείται η λαμβανόμενη τιμή ως μηδενική συγκέντρωση αργύρου για την καμπύλη βαθμονόμησης.

Στη συνέχεια μετράται η απορρόφηση καθενός από τα πρότυπα διαλύματα αργύρου (5.3.1.) και καταγράφονται οι τιμές. Χαράσσεται η καμπύλη βαθμονόμησης η οποία παριστάνει τη σχδέση τιμών απορρόφησης ως προς τη συγκέντρωση αργύρου.

5.4. Προσδιορισμός.

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1) και καταγράφεται η τιμή. Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται ησυγκέντρωση αργύρου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης του διαλύματος δείγματος.

6. Υπολογισμός.

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε νιτρικό άργυρο, ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (% m/m) με τη βοήθεια του τύπου:

$$\%\ (m/m)\ \text{νιτρικού αργύρου} = \frac{1.5748 \times c}{10 \times m}$$

όπου:

m= μάζα σε γραμμάρια δείγματος (5.1) που υποβάλλεται σε ανάλυση και

c= συγκέντρωση αργύρου στο διάλύμα δείγματος (5.1) σε μικρογραμμάρια ανά χιλιοστόλιτρο που λαμβάνεται από την καμπύλη βαθμονόμησης.

7. Επαναληψιμότητα ([1]).

Για περιεκτικότητα νιτρικού οξέος 4% (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που έχουν εκτελεστεί παράλληλα στο ίδιο δείγμα, δεν θα πρέπει να υπερβαίνει το 0,05% (m/m).

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΔΙΘΕΙΟΥΧΟΥ ΣΕΛΗΝΙΟΥ ΣΤΑ ΣΑΜΠΟΥΑΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΚΑΤΑΠΟΛΕΜΗΣΗ ΤΗΣ ΠΙΤΥΡΙΔΑΣ

Α. Ανίχνευση

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η παρούσα μέθοδος περιγράφει την ανίχνευση του διθειούχου σεληνίου ως σεληνίου στα σαμπουάν για την καταπολέμηση της πιτυρίδας.

2. Αρχή της μεθόδου.

Το σελήνιο ανιχνεύεται από το χαρακτηριστικό κίτρινο χρωματισμό που εμφανίζεται κατα την αντίδραση με ουρία και ιωδιούχο κάλιο.

([1]) 150 5725

3. Αντιδραστήρια.

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Πυκνό νικτρικό οξύ (d_{20} = 1,42 g/ml).

3.2. Ουρία.

3.3. Διάλυμα ιωδιούχου καλίου 10% (m/v): διαλύονται σε 10g ιωδιούχου καλίου σε 100 ml νερού.

4. Εξοπλισμός.

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

4.2. Δοκιμαστικός σωλήνας διάσπασης χωριτηκότητας 100 ml.

4.3. Θερμαινόμενη διάταξη διάσπασης.

4.4. Διηθητικό χαρτί (Whatman n^0 42 ή διηθητική μεμβράνη 0.45 μm.

5. Τρόπος εργασίας.

5.1. Σε 1g περίπου σαμπουάν μέσα σε σωλήνα διάσπασης (4,2) προστίθενται 2,5 ml νιτρικού οξέος (3.1) και το σύνολο αφήνεται για διάσπαση στους 150^0 C επί 30 λεπτά, στη θερμαινόμενη διάταξη διάσπασης (4.3).

5.2. Το διασπασμένο δείγμα αραιώνεται μέχρι τα 25 ml νερό και διηθείται με ηθμό ή διηθητική μεμβράνη των 0,45 μm (4.4α).

5.3. Στα 2.5 ml του διηθήματος προστίθενται 5 ml νερού, 2,5 g ουρίας (3.2) και το μείγμα βράζεται. Στη συνέχεια ψύχεται και προστίθεται σ' αυτό 1 ml διαλύματος ιωδιούχου καλίου (3.3).

5.4. Η παρουσία σεληνίου πιστοποιείται με την εμφάνιση χρώματος κίτρινου ως πορτοκαλί, που σκουραίνει γρήγορα με την παραμονή.

Β. Ποσοτικός Προσδιορισμός

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η παρούσα μέθοδος είναι κατάλληλη για τον ποσοτικό προσδιορισμό του διθειούχου σεληνίου ως σεληνίου στα σαμπουάν για την καταπολέμηση της πιτυρίδας που περιέχουν μέχρι 4,5% (m/m) διθειούχου σεληνίου.

2. Αρχή της μεθόδου.

Το δείγμα διασπάται εν θερμώ με νιτρικό οξύ και το σελήνιο προσδιορίζεται ποσοτικά στο προκύπτον προϊόν της διάσπασης με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια.

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Πυκνό νιτρικό οκύ (d_{20} = 1,42 g/ml).

3.2. Διάλυμα νιτρικού οξέος 5% (v/v): προστίθενται 50ml νιτρικού οξέος (3.1) σε 500 ml νερού σε ποτήρι ζέσεως υπό συνεχή ανάδευση. Το διάλυμα αυτό μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου και συμπληρώνεται με νερό.

3.3. Μητρικό διάλυμα σεληνίου συγκεντρώσεως 1 000 mg/ml σε διάλυμα νιτρικού οξέος 0,5 M (Spectrosol ή ισοδύναμο).

4. Εξοπλισμός.

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός.

4.2. Δοκιμαστικός σωλήνας διάσπασης χωριτηκότητας 100 ml.

4.3. Θερμαινόμενη διάταξη διάσπασης.

4.4. Διηθητικό χαρτί (Whatman n^0 42 ή αντίστοιχο) ή διηθητική μεμβράνη 0.45 μm.

4.5. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εφοδιασμένο με λυχνία σεληνίου κοίλης καθόδου.

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Παρασκευή δείγματος

5.1.1. Μέσα σε σωλήνα διάσπασης (4.2) ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,2g (m grm) ομοιογενούς δείγματος σαμπουάν.

5.1.2. Προστίθενται 5 ml πυκνού νικτρικού οξέος

(3.1) και το δείγμα αφήνεται για διάσπαση στους 150°C επί 1 ώρα σε θερμαινόμενη διάταξη διάσπασης (4.3.).

5.1.3. Το μείγμα αφήνεται να ψυχθεί και αραιώνεται μέχρι τα 100 ml νερό. Το αραιωμένο δείγμα διηθείται με ηθμό ή με διηθητική μεμβράνη 0,45 μm (4.4). Το διάλυμα αυτό φυλάσσεται για τον προσδιορισμό:

5.2. Συνθήκες για την ατομική απορρόφηση

Μήκος κύματος: 196,0 nm

Φλόγα: αέρας/ ακετυλένιο

Υποβιβασμός στάθμης (backgound cozzecHon): ναι

Συνθήκες καυσίμου: χαμηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο· για την επίτευξη της μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση

5.3.1. Σε σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml φέρονται με σιφώνιο 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 και 5.0 ml μητρικού διαλύματος σεληνίου (3.3). Ο όγκος κάθε διαλύματος συμπληρώνεται μέχρι τη χαραγή με πυκνό νιτρικό οξύ 5% (v/v) (3.2) και το σύνολο αναμειγνύεται. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν 10, 20, 30, 40 και 50 μg/ml σεληνίου αντίστοιχα.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος νιτρικού οξέος 5% (v/v) (3.2) και η λαμβανομένη τιμή χρησιμοποιείται ως απορρόφηση που αντιστοιχεί σε μηδενική συγκέντρωση σεληνίου για την καμπύλη αναφοράς. Μετράται η απορρόφηση κάθε προτύπου διαλύματος σεληνίου (5.3.1.). Χαράσσεται η καμπύλη βαθμονόμησης, που συνδέει τις τιμές απορρόφησης με τις συγκεντρώσεις σεληνίου.

5.4. Προσδιορισμός

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1.3) και καταγράφεται η τιμή. Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται η συγκέντρωση σεληνίου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης του διαλύματος δείγματος.

6. Υπολογισμός

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε διθειούχο σελήνιο, ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (% m/m), με τη βοήθεια του τύπου:

$$\%\ (m/m)\ \text{διθειούχου σεληνίου} = \frac{1{,}812 \times c}{100 \times m}$$

όπου:

m = μάζα σε γραμμάρια του δείγματος (5.1.1.) που υποβάλλεται σε ανάλυση

και

c = συγκέντρωση σεληνίου στο διάλυμα δείγματος (5.1.3) σε μg/ml όπου προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόησης.

7. Επαναληψιμότητα[1]

Για την περιεκτικότητα σε διθειούχο σελήνιο 1% (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που έχουν εκτελεστεί παράλληλα στο ίδιο δείγμα, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,05% (m/m).

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΤΟΥ ΒΑΡΙΟΥ ΚΑΙ ΣΤΡΟΝΤΙΟΥ ΣΤΙΣ ΧΡΩΣΤΙΚΕΣ ΟΥΣΙΕΣ (ΠΙΓΜΕΝΤΑ) ΠΟΥ ΒΡΙΣΚΟΝΤΑΙ ΥΠΟ ΜΟΡΦΗ ΑΛΑΤΩΝ Ή ΛΑΚΩΝ

Α. Προσδιορισμός του διαλυτού βαρίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος περιγράφει τη διαδικασία για την εκχύλιση και τον προσδιορισμό του διαλυτού βαρίου στις χρωστικές ουσίες που βρίσκονται υπό τη μορφή αλάτων ή λακών.

2. Αρχή

Η χρωστικη ουσία εκχυλίζεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M υπό καθορισμένες συνθήκες και η ποσότητα του διαλυτού βαρίου στο εκχύλισμα προσδιορίζεται με φαρματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

---

[1] ISO 5725

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι ανλυτικής καθαρότητας.

3.1. Αιθανόλη, απόλυτη

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M

3.3. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M

3.4. Διάλυμα χλωριούχου καλίου 8% (m/v): διαλύονται 16 g χλωριούχου καλίου σε 200 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2.).

3.5. Πρότυπα διαλύματα βαρίου

3.5.1. Μητρικό πρότυπο διάλυμα βαρίου 1000 μg/ml σε διάλυμα νιτρικού οξέος 0,5 M (spectrosol ή ισοδύναμο).

3.5.2. Πρότυπο διάλυμα βαρίου 200 μg/ml: μεταφέρονται με σιφώνιο 20,0 ml μητρικού προτύπου διαλύματος (3.5.1) σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται.

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

4.2. Πεχάμετρο με ακρίβεια ± 0,02 μονάδων

4.3. Συσκευή ανακίνησης της φιάλης

4.4. Διηθητική μεμβράνη με μέγεθος πόρων 0,45 μm

4.5. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εφοδιασμένο με λυχνία βαρίου κοίλης καθόδου

5. Τόπος εργασίας

5.1. Παρασκευή του δείγματος

5.1.1. Ζυγίζονται με ακρίβεια περίου 0,5 g (m gram) χρωστικής ουσίας μέσα σε κωνική φιάλη των 250 ml. Δεν πρέπει να χρησιμοποιείται φιάλη μικρότερη των 150 ml, ώστε ο όγκος να είναι επαρκής για αποτελεσματική ανάδευση.

5.1.2. Προστίθεται σιφώνιο 1,0 ml αιθανόλης (3.1) και η φιάλη περιστρέφεται ώστε να εξασφαλισθεί πλήρης διαβροχή της χρωστικής ουσίας. Προστίθεται με προχοΐδα η ακριβής ποσότητα διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) η οποία απαιτείται για να επιτευχθεί αναλογία όγκου οξέος προς μάζα χρωστικής ουσίας ακριβώς 50 ml/g. Έστω ότι ο συνολικός όγκος του εκχυλίσματος συμπεριλαμβανομένης της αιθανόλης είναι V ml. Το περιεχόμενο της φιάλης αναδεύεται επί 5 δευτερόλεπτα ώστε να εξασφαλισθεί πλήρης ανάμειξη.

5.1.3. Με το πεχάμετρο (4.2) μετράται το pH του προκυπτόντος εναιωρήματος και, αν υπερβαίνει το 1,5,

προστίθεται διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (3.3) στάγδην μέχρι να φθάσει την τιμή 1,4 έως 1,5.

5.1.4. Η φιάλη πωματίζεται και ανακινείται αμέσως επί 60 λεπτά με τη συσκευή ανακίνησης (4.3). Η ανάδευση πρέπει να γίνει με αρκετά μεγάλη ταχύτητα, ώστε να παραχθεί αφρός. Γίνεται διήθηση μέσω διηθητικής μεμβράνης 0,45 μm (4.4) και το διήθημα συλλέγεται. Δεν πρέπει να φυγοκεντρείται το διάλυμα πριν από τη διήθηση. Μεταφέρονται με σιφώνιο 5,0 ml διηθήματος σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml, συμπληρώνεται ο όγκος με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται. Το διάλυμα αυτό χρησιμοποιείται επίσης για τον προσδιορισμό του στροντίου (Μέρος Β).

5.1.5. Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml μεταφέρονται με σιφώνιο 5,0 ml διαλύματος χλωριούχου νατρίου (3.4) και μία ποσότητα (W ml) του αραιουμένου διηθήματος (5.1.4), ώστε η συγκέντρωση που θα προκύψει να είναι μεταξύ 3 και 10 μg βαρίου /ml. Μία ποσότητα 10 ml κρίνεται ότι αποτελεί ικανοποιητικό σημείο εκκίνησης. Συμπληρώνεται ο όγκος με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται.

5.1.6. Προσδιορίζεται η συγκέντρωση του βαρίου στο διήθημα (5.1.5) με φασματοφωτομετρικό ατομικής απορρόφησης την ίδια ημέρα.

5.2. Συνθήκες για την ατομική απορρόφηση

Φλόγα: οξείδιο του αζώτου /ακετυλένιο.

Μήκος κύματος: 553,5 nm

Υποβιβασμός στάθμης θορύβου (background correction): όχι.

Συνθήκες καυσίμου: χαμηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο για την επίτευξη της μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση

5.3.1. Σε μία σειρα φιαλών των 100 ml μεταφέρονται με σιφώνιο 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 και 5.0 ml προτύπου διαλύματος βαρίου (3.5.2). Σε κάθε φιάλη μεταφέρονται με σιφώνιο 5,0 ml διαλύματος χλωριούχου καλίου (3.4) και ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 και 10,0 mg βαρίου/ml αντίστοιχα.

Με τον ίδιο τρόπο παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα, παραλείποντας το πρότυπο διάλυμα βαρίου.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση του τυφλού διαλύματος (5.3.1) και η τιμή που λαμβάνεται χρησιμοποιείται ως η μηδενική συγκέντρωση βαρίου για την καμπύλη βαθμονόμησης. Στη συνέχεια μετράται κάθε ένα από τα πρότυπα διαλύματα βαρίου (5.3.1). Χαράσσεται η καμπύλη βαθμονόμησης που συνδέει τις τιμές απορρόφησης με τη συγκέντρωση βαρίου.

5.4. Προσδιορισμός

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1.5). Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται η συγκέντρωση σεληνίου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης που λαμβάνεται για το διάλυμα δείγματος.

6. Υπολογισμός

Η περιεκτικότητα (% m/m) της χρωστικής ουσίας σε διαλυτό βάριο υπολογίζεται με τη βοήθεια του τύπου:

$$\% \text{ (m/m) διαλυτού βαρίου} = \frac{C \times V}{10\, W \times m}$$

όπου:

m = μάζα σε γραμμάρια του δείγματος που λαμβάνεται για ανάλυση (5.1.1)

c = συγκέντρωση βαρίου στο διάλυμα δείγματος (5.1.5), σε μg/ml, που προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης

V = συνολικός όγκος του εκχυλίσματος σε ml (5.1.2) και

W = όγκος του εκχυλίσματος σε ml που λαμβάνεται στο σημείο 5.1.5.

7. Επαναληψιμότητα

Η καλύτερη επαναληψιμότητα (ISO 5725) για τη μέθοδο αυτή είναι 0,3% για περιεκτικότητα σε διαλυτό βάριο 2% (m/m).

8. Παρατηρήσεις

8.1. Υπό ορισμένες συνθήκες η απορρόφηση του βαρίου μπορεί να παρεμποδισθεί από την παρουσία ασβεστίου. Η παρεμπόδιση μπορεί να ελεγχθεί με προσθήκη ιόντος μαγνησίου σε συγκέντρωση 5 g ανά λίτρο [1].

8.2. Η μέτρηση της εκπομπής με τη μέθοδο πλάσματος (inductively coupled plasma optical emission) μπορεί να χρησιμοποιηθεί σαν εναλλακτική τεχνική της φασματοφωτομετρίας ατομικής απορρόφησης.

Β. Προσδιορισμός του διαλυτού στροντίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος περιγράφει τη διαδικασία για την εκχύλιση και τον προσδιορισμό του διαλυτού στροντίου στις χρωστικές ουσίες που βρίσκονται υπό την μορφή αλάτων λακών.

2. Αρχή

Η χρωστική ουσία εκχυλίζεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M υπό καθορισμένες συνθήκες και η ποσότητα του στροντίου στο εκχύλισμα προσδιορίζεται με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Αιθανόλη απόλυτη

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M

3.3. Διάλυμα χλωριούχου καλίου 8% (m/v): 16 g χλωριούχου καλίου διαλύονται σε 200 ml υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2).

(1 «Magnesium as modifier for the determination of barium by flame atomic emission spectromarty» Jerrow, M. et al - Analytical Proceedings, 1991, 28, 40

3.4. Πρότυπα διαλύματα στροντίου

3.4.1. Μητρικό πρότυπο διάλυμα στροντίου 1000 mg/ml σε διάλυμα νιτρικού οξέος 0,5 M (Spectrosol ή ισοδύναμο).

3.4.2. Πρότυπο διάλυμα στροντίου 100 μg/ml: μεταφέρονται με σιφώνιο 10,0 ml μητρικού πρότυπου διαλύματος

στροντίου (3.4.1) σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται.

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

4.2. Διηθητική μεμβράνη με μέγεθος πόρων 0,45 μm

4.3. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εξοπλισμό με λυχνία στροντίου κοίλης καθόδου.

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Παρασκευή δείγματος

Το διάλυμα που παρασκευάζεται στο σημείο Α 5.1.4, χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε διαλυτό στρόντιο.

5.1.1. Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, μεταφέρονται με σιφώνιο 5,0 ml διαλύματος χλωριούχου νατρίου (3.3) και μία ποσότητα (W ml) του αραιωμένου διηθήματος (Α 5.1.4), ώστε η συγκέντρωση που θα προκύψει να είναι μεταξύ 2 και 5 mg στροντίου (ml. (Μία ποσότητα 25 ml κρίνεται ότι αποτελεί ικανοποιητικό σημείο εκκίνησης). Συμπληρώνεται ο όγκος με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07ν M (3.2) και αναμειγνύεται.

5.1.2. Προσδιορίζεται η συγκέντρωση του στροντίου στο διήθημα (5.1.1) με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης την ίδια ημέρα.

5.2. Συνθήκες για την ατομική απορρόφηση

Φλόγα: οξείδιο του αζώτου /ακετυλένιο

Μήκος κύματος: 460,7 nm

Υποβιβασμός στάθμης θορύβου (backgroud correction): όχι

Συνθήκες καυσίμου: χαμηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο· για την επίτευξη της μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση

5.3.1. Σε μία σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml μεταφέρονται με σιφώνιο 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 και 5,0 ml του πρότυπου διαλύματος στροντίου (3.4.2). Σε κάθε φιάλη μεταφέρονται με σιφώνιο 5 ml διαλύματος χλωριούχου καλίου (3.3). Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,07 M (3.2) και αναμειγνύεται. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν 1,0, 2,0, 4,0 και 5,0 μg στροντίου/ml αντίστοιχα.

Με τον ίδιο τρόπο παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα παραλείποντας το πρότυπο διάλυμα στροντίου.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση του τυφλού διαλύματος και η τιμή που λαμβάνεται χρησιμοποιείται ως μηδενική συγκέντρωση στροντίου για την καμπύλη βαθμονόμησης. Στη συνέχεια μετράται κάθε ένα από τα πρότυπα διαλύματα στροντίου (5.3.1). Χαράσσεταιη καμπύλη βαθμονόμησης που συνδέει τις τιμές απορρόφησης με την συγκέντρωση στροντίου.

5.4. Προσδιορισμός

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1.1). Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται η συγκέντρωση στροντίου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης που λαμβάνεται για το διάλυμα δείγματος.

6. Υπολογισμός

Η περιεκτικότητα (% m/m) της χρωστικής ουσίας σε διαλυτό στρόντιο, υπολογίζεται με τη βοήθεια του τύπου:

$$\%\ (m/m)\ \text{διαλυτού στροντίου} = \frac{C \times V}{10\,W \times m}$$

όπου:

m = μάζα σε γραμμάρια του δείγματος (Α 5.1.1) που υποβάλλεται σε ανάλυση

c = συγκέντρωση στροντίου στο διάλυμα δείγματος (5.1.1), σε μg/ml, που προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης

V = συνολικός όγκος του εκχυλίσματος σε ml (5.1.2) και

W = όγκος του εκχυλίσματος σε ml που λαμβάνεται στο σημείο 5.1.1.

7. Επαναληψιμότητα

Η καλύτερη επαναληψιμότητα (ISO 5725) για τη μέθοδο αυτή είναι 0,09% για περιεκτικότητα σε διαλυτό στρόντιο 0,6% (m/m).

8. Παρατηρήσεις

Η μέτρηση της εκπομπής με τη μέθοδο πλάσματος (inductively coupled plasma optical emission) μπορεί να χρησιμοποιηθεί σαν εναλλακτική τεχνική της φωτοφασματομετρίας ατομικής απορρόφησης.

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΒΕΝΖΥΛΙΚΗΣ ΑΛΚΟΟΛΗΣ ΣΤΑ ΚΑΛΛΥΝΤΙΚΑ ΠΡΟΪΟΝΤΑ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος περιγράφει την ανίχνευση της βενζυλικής αλκοόλης στα καλλυντικά προϊόντα.

2. Αρχή

Η βενζυλική αλκοόλη ανιχνεύεται με χρωματογραφία λεπτής στοιβάδος σε πλάκες silica gel.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Βενζυλική αλκοόλη

3.2. Χλωροφόρμιο

3.3. Αιθανόλη (απόλυτη)

3.4. Κ-πεντάνιο

3.5. Διαλύτης ανάπτυξης διαιθυλαιθέρας

3.6. Πρότυπο διάλυμα βενζυλικής αλκοόλης: ζυγίζονται 0,1 g βενζυλικής αλκοόλης (3.1) σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, συμπληρώνεται ο όγκος με αιθανόλη (3.3) και αναμειγνύεται.

3.7. Πλάκες χρωματογραφίας λεπτής στοιβάδος γυαλί 100 mm x 200 mm ή 200 mm x 200 mm, επιστρωμένες με στοιβάδα 0,25 mm κολλοειδούς πυριτίου silica gel 60 F 254.

3.8. Μέσος εμφάνισης: 12 μολυβδοφωσφορικό οξύ, 10% (m/V) σε αιθανόλη (3.3)

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εξοπλισμός για χρωματογραφία λεπτής στοιβάδος.

4.2. Θάλαμος χρωματογραφίας διπλού καψιδίου με διαστάσεις τύπου 80 mm x 230 mm x 240 mm

4.3. Χρωματογραφικό χαρτί: Whatman, ή αντίστοιχο

4.4. Λάμπα υπεριώδους μήκους κύματος 254 nm

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Παρασκευή δείγματος

Σε ογκομετρική φιάλη των 10 ml ζυγίζεται 1,0 g του προς ανάλυση προϊόντος. Προστίθενται 3 ml χλωροφόρ-

μιου (3.2) και η φιάλη ανακινείται ζωηρά μέχρι την πλήρη διασπορά του προϊόντος. Συμπληρώνεται ο όγκος με αιθανόλη (3.3) και ανακινείται ζωηρά ώστε να δώσει ένα διαυγές, ή σχεδόν διαυγές διάλυμα.

5.2. Χρωματογραφία λεπτής στοιβάδος

5.2.1. Ο θάλαμος χρωματογραφίας (4.2) κορένυται με κ-πεντάνιο (3.4) ως εξής: το τοίχωμα του θαλάμου που βρίσκεται δίπλα στο πίσω καψίδιο καλύπτεται με χρωματογραφικό χαρτί (4.3) έτσι ώστε το κάτω άκρο του χαρτιού να βρίσκεται μέσα στο καψίδιο. Μεταφέρονται 25 ml του κ-πεντάνιου (3.4) στο πίσω καψίδιο χύνοντας με ήπια ροή τον διαλύτη αυτόν επάνω στην εκτεθειμένη επιφάνεια του χρωματογραφικού χαρτιού. Επανατοποθετείται αμέσως το κάλυμα και αφήνεται ο θάλαμος σε ηρεμία επί 15 λεπτά.

5.2.2. Σε κατάλληλα σημεία κατά μήκος της γραμμής εκκίνησης της πλάκας (3.7) εναποτίθενται 10 ml του δείγματος (5.1) και 10 μl του πρότυπου διαλύματος βενζυλικής αλκοόλης (3.6.). Αφήνεται να στεγνώσει.

5.2.3. Μεταφέρονται με σιφώνιο 10 ml διαιθυλαιθέρα (3.5) στο μπροστινό καψίδιο του θαλάμου και αμέσως μετά τοποθετείται η πλάκα (5.2.2) στο ίδιο καψίδιο. Αμέσως επανατοποθετείται το κάλυμμα του θαλάμου και η πλάκα αναπτύσσεται μέχρι ύψους 150 mm. Απομακρύνεται η πλάκα από το θάλαμο χρωματογραφίας και αφήνεται να στεγνώσει σε θερμοκρασία δωματίου.

5.2.4. Παρατηρείται η πλάκα (5.2.3) σε υπειώδες φως και σημειώνονται οι θέσεις των ιωδών κηλίδων. Η πλάκα ψεκάζεται με το αντιδραστήριο εμφάνισης (3.8) και στη συνέχεια θερμαίνεται στους 120° C επί 15 λεπτά περίπου. Η βενζυλική αλκοόλη εμφανίζεται ως σκούρα μπλε κηλίδα.

5.2.5. Υπολογίζεται η τιμή Rf που προκύπτει από το πρότυπο διάλυμα βενζυλικής αλκοόλης. Η σκούρα μπλε κηλίδα με την ίδια τιμή Rf που εμφανίζεται από το δείγμα υποδηλώνει την παρουσία βενζυλικής αλκοόλης σε αυτό.

Όριο ανίχνευσης: 0,1 mg βενζυλικής αλκοόλης.

Β. Ποσοτικός προσδιορισμός

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος περιγράφει τον προσδιορισμό βενζυλικής αλκοόλης σε καλλυντικά προϊόντα.

2. Ορισμός

Η ποσότητα της βενζυλικής αλκοόλης που προσδιορίζεται με τη μέθοδο αυτή εκφράζεται ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (m/m).

3. Αρχή

Το δείγμα εκχυλίζεται με μεθανόλη και η ποσότητα της βενζυλικής αλκοόλης στο εκχύλισμα προσδιορίζεται με υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης (HPLC).

4. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας και κατάλληλα για HPLC όπου χρειάζεται.

4.1. Μεθανόλη

4.2.4. 4-αιθοξυφαινόλη

4.3. Βενζυλική αλκοόλη

4.4. Κινητή φάση: μεθανόλη (4.1)/νερό (45: 55 v/v)

4.5. Μητρικό διάλυμα βενζυλικής αλκοόλης: ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,1 g βενζυλικής αλκοόλης (4.3) μέσα σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος με μεθανόλη (4.1) και αναμειγνύεται.

4.6. Μητρικό διάλυμα εσωτερικού προτύπου: ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,1 g 4-αιθοξυφαινόλης (4.2) μέσα σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος με μεθανόλη (4.1) και αναμειγνύεται.

4.7. Πρότυπα διαλύματα: σε μία σειρά ογκομετρικών φιαλών των 25 ml μεταφέρονται σε σιφώνιο οι κατάλληλοι όγκοι μητρικού διαλύματος βενζυλικής αλκοόλης (4.5) και μητρικού διαλύματος εσωτερικού προτύπου (4.6) σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα. Συμπληρώνεται ο όγκος με μεθανόλη (4.1) και αναμειγνύεται.

Πρότυπο διάλυμα	Συγκέντρωση βενζυλικής αλκοόλης		Συγκέντρωση 4-αιθοξυφαινόλης	
	ml (4.5) που προστίθενται	mg/ml (*)	ml (4.6) που προστίθενται	mg/ml(*)
I	0,5	20	2,0	80
II	1,0	40	2,0	90
III	2,0	80	2,0	60
IV	3,0	120	2,0	80
V	5,0	200	2,0	80

(*) Οι τιμές αυτές δίνονται ενδεικτικά και αντιστοιχούν στις συγκεντρώσεις των προτύπων διαλυμάτων που παρασκευάζονται με διάλυματα βενζυλικής αλκοόλης (4.5) και 4-αιθοξυφαινόλης (4.6) και τα οποία περιέχουν ακριβώς 0,1% (m/v) βενζυλικής αλκοόλης και ακριβώς 0,1% (m/v) 4 - αιθοξυφαινόλης αντίστοιχα.

5. Εξοπλισμός

5.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

5.2. Συσκευή χρωματογραφίας υψηλής απόδοσης με ανιχνευτή υπεριώδους ακτινοβολίας μεταβλητού μήκους κύματος και με βρογχο εισαγωγής δείγματος 10 ml

5.3. Αναλυτική στήλη: στήλη από ανοξείδωτο χάλυβα 250 mm x 4,6 mm γεμισμένη με 5 μm Spherisorb ODS, ή ισοδύναμο.

5.4 Υδατόλουτρο

5.5. Λουτρό υπερήχων

5.6. Φυγόκεντρος

5.7. Φυγοκεντρικοί σωλήνες χωρητικότητας 15 ml

6. Τρόπος εργασίας

6.1. Παρασκευή δείγματος

6.1.1. Σε φυγοκεντρικό σωλήνα (5.7) ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,1 g (m gram) δείγματος και προστίθενται 5 ml μεθανόλης (4.1).

6.1.2. Ο σωλήνας θερμαίνεται επί 10 λεπτά σε υδατόλουτρο (5.4) που διατηρείται στους 50° C και τοποθετείται μέσα σε λουτρό υπερήχων (5.5) μέχρι την πλήρη διασπορά του δείγματος.

6.1.3. Ψύχεται, και στη συνέχεια υποβάλλεται σε φυγοκέντρηση σε 3500 rpm επί 5 λεπτά.

6.1.4. Το υπερκείμενο υγρό μεταφέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 25 ml.

6.1.5. Το δείγμα επανεκχυλίζεται με άλλα 5 ml μεθανόλης.

(4.1.). Τα εκχυλίσματα συγκεντρώνονται στην ογκομετρική φιάλη των 25 Ml.

6.1.6. Μετατρέπονται με σιφώνιο 20 Ml μητρικού διαλύματος εσωτερικού πρότυπου (4.6) στην ογκομε-

τρική φιάλη των 25 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με μεθανόλη (4.1) και αναμειγνύεται. Το διάλυμα αυτό χρησιμοποιείται κατά το στάδιο του προσδιορισμού που περίγράφεται στο σημείο 6.4.

6.2. Χρωματογραφία

6.2.1. Η συσκευή υγρής χρωματογραφίας υψηλής απόδοσης (5.2) συνδέεται κατά τον συνήθη τρόπο. Η ροή της κινητής φάσης (4.4) ρυθμίζεται σε 2,0 ml ανά λεπτό.

6.2.2. Το μήκος κύματος του ανιχνευτή υπεριώδους (5.2) ρυθμίζεται στα 210 nm.

6.3. Βαθμονόμηση

6.3.1. Ενίεται 10 ml από κάθε πρότυπο διάλυμα βενζυλικής αλκοόλης (4.7) και μετρώνται τα εμβαδά των κορυφών της βενζυλικής αλκοόλης και της 4-αιθοξυφαινόλης.

6.3.2. Για κάθε συγκέντρωση προτύπου διαλύματος (4.7) υπολογίζεται η αναλογία των εμβαδών των κορυφών για την βενζιλική αλκοόλη και την 4-αιθοξυφαινόλη. Χαράσσεται μια καμπύλη βαθμονόμησης τοποθετώνται αυτές τις αναλογίες στον άξονα των τεταγμένων και τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις βενζυλικής αλκοόλης σε mg/ml στον άξονα των τετμημένων.

6.4. Προσδιορισμός

6.4.1. Ενιένται 10 ml του διαλύματος δείγματος (6.16) και μετρώνται τα εμβαδά των κορυφών της βενζυλικής αλκοόλης και της 4-αιθοξυφαινόλης. Υπολογίζεται η αναλογία των εμβαδών των κορυφών για τη βενζυλική αλκοόλη και την 4-αιθοξυφαινόλη. Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται με ποσότητες 10 ml δείγματος μέχρι να ληφθούν σταθερά αποτελέσματα.

6.4.2. Από την καμπύλη βαθμονόμησης (6.3.2.) διαβάζεται η συγκέντρωση βενζυλικής αλκοόλης που αντιστοιχεί στην αναλογία εμβαδών κορυφών βενζυλικής αλκοόλης προς 4-αιθοξυφαινόλης.

7. Υπολογισμός

Η περιεκτικότητα του δείγματος σε βενζυλική αλκοόλη ως ποσοστό επί τοις εκατό ανά μάζα υπολογίζεται από τον τύπο:

$$\%\ (m/m)\ \text{βενζυλικής αλκοόλης} = \frac{C}{400 \times m}$$

όπου

m = μάζα σε g του δείγματος που λαμβάνεται για ανάλυση (6.1.1.),

C = συγκέντρωση βενζυλικής αλκοόλης στο διάλυμα διέγματο (6.1.6) που προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης.

8. Επαναληψιμότητα([1])

Για περιεκτικότητα σε βενζυλική αλκοόλη ιση με 1% (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,10%.

([1]) 150 5725

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΤΟΥ ΖΙΡΚΟΝΙΟΥ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΖΙΡΚΟΝΙΟΥ, ΤΟΥ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ ΧΛΩΡΙΟΥ ΣΤΑ ΜΗ ΑΕΡΟΖΟΑ ΑΠΟΣΜΗΤΙΚΑ

Η μέθοδος περιλαμβάνει πέντε στάδια:

Α. Ανίχνευση του ζιρκονίου

Β. Ποσοτικός προσδιορισμός του ζιρκονίου

Γ. Ποσοτικός προσδιορισμός του αλουμινίου

Δ. Ποσοτικός προσδιορισμός του χλωρίου

Ε. Υπολογισμός των λόγων των ατόμων αλουμινίου προς άτομα ζιρκονίου, και των ατόμων αλουμινίου συν ζιρκονίου προς τα άτομα χλωρίου.

Α. Ανίχνευση του ζιρκονίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η μέθοδος περιγράφει την ανίχνευση του ζιρκονίου στα μη αεροζόλ αποσμητικά. Δεν θίγεται το θέμα της περιγραφής μεθόδων κατάλληλων για την ανίχνευση του σύμπλοκου άλατος του βασικού χλωριούχου αλοουνινίου-ζιρκονίου [$Al_3ZR(OH)_7Cl_2nH_2O$].

2. Αρχή της μεθόδου

Το ζιρκόνιοι ανιχνεύεται με το χαρακτηριστικό, ερυθρόιώδες ίζημα που παράγεται με το ερυθρό της αλιζαρίνης s υπό πολύ όξινες συνθήκες.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας

3.1. Πυκνό υδροχλωρικό οξύ (d_m = 1,18 g/ml)

3.2. Διάλυμα ερυθρού της αλιζαρίνης S (Cl_2 58005): υδατικό διάλυμα του μετά νατρίου άλατος της σουλφονικής αλιζαρίνης 2% (m/v).

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

5. Τρόπος εργασίας

5.1.Σε δοκιμαστικό σωλήνα εισάγουμε 1 g δείγματος και 2 ml νερού. Πωματίζουμε και ανακινούμε.

5.2. Προσθέτουμε 3 σταγόνες διαλύματος ερυθρού της αλιζαρίνης S (3.2) και κατόπιν 2 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (3.1). Πωματίζουμε και ανακινούμε.

5.3. Αφήνουμε το διάλυμα να ηρεμήσει επί 2 λεπτά περίπου.

5.4. Η παρουσία ζιρκονίου καταδεινύεται με την εμφάνιση ερυθροϊώδούς υπερκειμένου υγρού και ιζήματος.

Β. Ποσοτικός προσδιορισμός ζιρκονίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος είναι κατάλληλη για τον προσδιορισμό του ζιρκονίου σε σύμπλοκα άλατα του βασικού χλωριούχου αλουμινίου-ζιρκονίου, με μέγιστη συγκέντρωση ζιρκονίου 7,5% (m/m) σε μη αεροζόλ αποσμητικά.

2. Αρχή της μεθόδου

Το ζιρκόνιο εκχυλίζεται από το προϊόν υπό όξινες συνθήκες και προσδιορίζεται με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Πυκνό υδροχλωρικό οξύ (d_{20} = 1.18 g/ml).

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 10% (v/v): σε ποτήρι ζέσεως που περιέχει 500ml νερού προσθέτουμε 100 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (3.1) υπό συνεχή ανάδευση. Μεταφέρουμε αυτό το διάλυμα σε ογκομετρική φιάλη

ενός λίτρου και συμπληρώνουμε με νερό.

3.3. Μητρικό πρότυπο διάλυμα ζιρκονίου 1.000 mg/ml σε διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ (Spectrosol ή αντίστοιχο).

3.4. Αντιδραστήριο ενύδρου χλωριούχου αλουμινίου[$AlCl_3 6H_2O$] διαλύουμε 22,6 g εξαϋδρικού χλωριούχου αλουμινίου σε 250 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 10% (v/v) (3.2).

3.5. Αντιδραστήριο χλωριούχου αμμωνίου: διαλύουμε 5,0 g χλωριούχου αμμωνίου σε 250 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 10% (v/v) (3.2).

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

4.2. Θερμαντήρας με μαγνητικό αναδευτήρα

4.3. Διηθητικό χαρτί (Whatman n° 41 ή ισοδύναμο)

4.4. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εφοδιασμένο με λυχνία ζιρκονίου κοίλης καθόδου

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Προετοιμασία του δείγματος

5.1.1. Ζυγίζουμε επακριβώς περίπου 1,0 g (m gram) ομογενούς δείγματος του προϊόντος μέσα σε ποτήρι ζέσεως των 150 ml. Προσθέτουμε 40 ml νερού και 10 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (3.1.).

5.1.2. Τοποθετούμε το ποτήρι σε θερμαντήρα με μαγνητικό αναδευτήρα (4.2.). Αναδεύουμε και θερμαίνουμε μέχρι βρασμού. Για να παρεμποδίσουμε τη γρήγορη ξήρανση τοποθετούμε ύαλο ωρολογίου πάνω στο ποτήρι. Βράζουμε επί 5 λεπτά, απομακρύνουμε το ποτήρι από το θερμαντήρα και ψύχουμε σε θερμοκρασία δωματίου.

5.1.3. Χρησιμοποιώντας το διηθητικό χάρτη (4.3.), διηθούμε το περιεχόμενο του ποτηρίου ζέσεως σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Εκπλύνουμε το ποτήρι δύο φορές με 10 ml νερού και προσθέτουμε τα εκπλύματα στη φιάλη μετά από διήθηση. Συμπληρώνουμε με νερό και αναμειγνύουμε. Αυτό το διάλυμα χρησιμοποιείται επίσης για τον προσδιορισμό του αλουμινίου (μέρος Γ).

5.1.4. Σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml μεταφέρουμε με σιφώνιο 20 ml του διαλύματος δείγματος (5.1.3.), 5,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου αλουμινίου (3.4.), και 5,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου αμμωνίου (3.5.). Συμπληρώνουμε με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 10% (v/v) (3.2.) και αναμειγνύουμε.

5.2. Συνθήκες φασματοφωτομετρίας ατομικής απορρόφησης

Φλόγα: πρωτοξείδιο του αζώτου/ακετυλένιο

Μήκος κύματος: 360,1 nm

Υποβιβασμός στάθμης θορύβου (background correction): όχι

Συνθήκες καυσίμου: υψηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο για την επίτευξη μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση

5.3.1. Σε μια σειρά ογκομετρικών φιαλών των 50 ml μεταφέρουμε με σιφώνιο 5,00 10,00, 15,00, 20,00 και 25,00 ml του μητρικού πρότυπου διαλύματος ζιρκονίου (3.3). Σε κάθε ογκομετρική φιάλη μεταφέρουμε με σιφώνιο 5,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου αλουμινίου (3.4) και 5,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου αμμωνίου (3.5). Συμπληρώνουμε μέχρι τη χαραγή με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 10% (v/v) και αναμειγνύουμε. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν 100, 200, 300, 400 και 500 mg ζιρκονίου ανά χιλιοστόλιτρο (mg/ml) αντίστοιχα.

Ομοίως παρασκευάζουμε τυφλό διάλυμα παραλείποντας το πρότυπο διάλυμα ζιρκονίου.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση του τυφλού διαλύματος (5.3.1) και η λαμβανόμενη τιμή χρησιμοποιείται ως απορρόφηση, που αντιστοιχεί σε μηδενική συγκέντρωση ζιρκονίου, για την καμπύλη βαθμονόμησης. Μετράται η απορρόφηση κάθε προτύπου διαλύματος του ζιρκονίου (5.3.1). Χαράσεται η καμπύλη βαθμονόμησης που συσχετίζει τις τιμές απορρόφησης με τις συγκεντρώσεις ζιρκονίου.

5.4. Προσδιορισμοός

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1.4). Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται η συγκέντρωση του ζιρκονίου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης του διαλύματος του δείγματος.

6. Υπολογισμός

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα ζιρκονίου στο δείγμα σε ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα, με τη βοήθεια του τύπου:

$$\%\ (m/m)\ \text{ζιρκονίου} = \frac{c}{40 \times m}$$

όπου:

m = μάζα σε γραμμάρια του δειγματος που υποβλήθηκε σε ανάλυση (5.1.1)

και

c = συγκέντρωση του ζιρκονίου στο διάλυμα δείγματος (5.1.4) σε μg/ml που προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης.

7. Επαναληψιμότητα([1])

Για περιεκτικότητα σε ζιρκόνιο 3,00% (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δυο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,10% (m/m).

8. Παρατηρήσεις

Η χρήση φασμοτοφωτομετρίας οπτικής εκπομπής πλάσματος με επαγωγική σύζευξη (ICP) επιτρέπεται εναλλακτικά αντί της φασματοφωτομετρίας ατομικής απορρόφησης (φλόγας).

Γ. Ποσοτικός προσδιορισμός του αλλουμινίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος είναι κατάλληλη για τον ποσοτικό προσδιορισμό του αλουμινίου σε σύμπλοκα άλατα του βασικού χλωριούχου αλουμινίου-ζιρκονίου με μέγιστη συγκέντρωση αλουμινίου 12% (m/m), σε μη αεροζόλ αποσμητικά.

2. Αρχή της μεθόδου

Το αλουμίνιο εκχυλίζεται από το προϊόν υπό όξινες συνθήκες και προσδιορίζεται με φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Πυκνό υδροχλωρικό οξύ (d_{20} = 1,18 g/ml)

3.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 1% (v/v) σε ποτήρι ζέσεως που περιέχει 500 ml, νερού προστίθενται 10 ml πυκνού υδροχλωρικού οξέος (3.1) υπό συνεχή ανάδευση. Μεταφέρουμε αυτό το διάλυμα σε ογκομετρική φιάλη του ενός λίτρου και συμπληρώνουμε με νερό.

3.3. Μητρικό πρότυπο διάλυμα αλουμινίου 1.000 μg/ml

σε διάλυμα νιτρικού οξέος 0,5 Μ (SpectrosoL ή ισοδύναμο).

3.4. Αντιδραστήριο χλωριούχου καλίου: διαλύουμε 10,0 g χλωριούχου καλίου σε 250 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 1% (v/v) (3.2.).

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

4.2. Φασματοφωτόμετρο ατομικής απορρόφησης εφοδιασμένο με λυχνία ζιρκόνιου κοίλης καθόδου.

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Προετοιμασία του δείγματος

Το διάλυμα που προετοιμάστηκε στο σημείο Β.5.1.3 χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας σε αλουμίνιο.

5.1.1. Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml, μεταφέρονται με σιφώνιο 5,00 ml του διαλύματος δείγματος (Β.5.1.3) και 10,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου καλίου (3.4). Συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 1% (v/v) (3.2) και αναμειγνύουμε.

5.2. Συνθήκες για την φασματοφωτομετρία ατομικής απορρόφησης

Φλόγα: Πρωτοξείδιο του αζώτου/ακετυλένιο

Μήκος κύματος: 309,3 mm

Υποβιβασμός στάθμης θορύβου (background correction): όχι

Συνθήκες καυσίμου: υψηλή περιεκτικότητα σε καύσιμο· για την επίτευξη της μέγιστης απορρόφησης είναι απαραίτητη η βελτιστοποίηση του ύψους του καυστήρα και των συνθηκών του καυσίμου.

5.3. Βαθμονόμηση

5.3.1. Σε μια σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml, μεταφέρονται με σιφώνιο 1,00, 2,00, 3,00, 4,00 και 5,00 ml του μητρικού πρότυπου διαλύματος αλουμινίου (3.3). Σε κάθε ογκομετρική φιάλη μεταφέρονται με σιφώνιο 10,00 ml του αντιδραστηρίου χλωριούχου καλίου (3.4) συμπληρώνουμε έως τη χαραγή με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 1% (v/v) (3.2) και αναμειγνύουμε. Αυτά τα διαλύματα περιέχουν 10, 20, 30, 40 και 50 mg αλουμινίου ανά χιλιοστόλιτρο (μg/ml).

Ομοίως προετοιμάζουμε τυφλό παραλείποντας το πρότυπο διάλυμα αλουμινίου.

(1) ISO 5725.

5.3.2. Μετράται η απορρόφηση του τυφλού διαλύματος (5.3.1) και η λαμβανόμενη τιμή χρησιμοποιείται ως απορρόφηση που αντιστοιχεί σε μηδενική συγκέντρωση αλουμινίου για την καμπύλη βαθμονόμησης. Μετράται η απορρόφηση κάθε προτύπου διαλύματος αλουμινίου. Χαράσεται η καμπύλη βαθμονόμησης που συσχετίζει τις τιμές απορρόφησης με τις συγκεντρώσεις αλουμινίου.

5.4. Προσδιορισμός

Μετράται η απορρόφηση του διαλύματος δείγματος (5.1.1). Από την καμπύλη βαθμονόμησης υπολογίζεται η συγκέντρωση του αλουμινίου που αντιστοιχεί στην τιμή απορρόφησης του διαλύματος δείγματος.

6. Υπολογισμός

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα αλουμινίου στο δείγμα ως ποσοτικό επί τοις εκατό κατά μάζα με τη βοήθεια του τύπου:

$$\%\ (m/m)\ \text{αλουμινίου} = \frac{C}{5 \times m}$$

όπου:

m = μάζα σε γραμμάρια του δείγματος που υποβλήθηκε σε ανάλυση (Β.5.1.1)

και

c = συγκέντρωση του αλουμινίου στο διάλυμα δείγματος (5.1.4) σε μg/ml που προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης.

7. Επαναληψιμότητα(1)

Για περιεκτικότητα 3,5% (m/m) η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δυο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,10% (m/m).

8. Παρατηρήσεις

8.1. Η χρήση φασμοτοφωτομετρίας οπτικής εκπομπής πλάσματος με επαγωγική σύζευξη (ICP) επιτρέπεται εναλλακτικά αντί της φασματοφωτομετρίας ατομικής απορρόφησης (φλόγας).

Δ. Ποσοτικός προσδιορισμός του χλωρίου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής

Η παρούσα μέθοδος είναι κατάλληλη για τον ποσοτικό προσδιορισμό του χλωρίου, που υπάρχει υπό μορφή ιόντος χλωρίου σε σύμπλοκα άλατα του βασικού χλωριούχου αλουμινίου-ζιρκονίου σε μη αεροζόλ αποσμητικά.

2. Αρχή της μεθόδου

Το ιόν χλωρίου στο προϊόν προσδιορίζεται με ποτενσιομετρική τιτλοδότηση με πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου.

3. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας.

3.1. Πυκνό νιτρικό οξύ (d_{20} = 1,42 g/ml)

3.2. Διάλυμα νιτρικού οξέος 5% (v/v): Σε ποτήρι ζέσεως που περιέχει 250 ml νερού προσθέτουμε 25 ml πυκνού νιτρικού οξέος (3.1) υπό συνεχή ανάδευση. Μεταφέρουμε αυτό το διάλυμα σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml και συμπληρώνουμε ως τη χαραγή με νερό.

3.3. Ακετόνη

3.4. Ογκομετρικό διάλυμα νιτρικού αργύρου 0,1 Μ (AnalaR ή ισοδύναμο)

4. Εξοπλισμός

4.1. Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός

4.2. Θερμαντήρας με μαγνητικό αναδευτήρα

4.3. Ηλεκτρόδιο αρύρου

4.4. Ηλεκτρόδιο αναφοράς καλομέλανος

4.5. Πεχάμετρο/μιλλιβολτόμετρο κατάλληλο για ποτενσιομετρική τιτλοδότηση

(1) ISO 5725.

5. Τρόπος εργασίας

5.1. Προετοιμασία του δείγματος.

5.1.1. Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml ζυγίζονται επακριβώς περίπου 1,0 g (m gram) ομογενούς δείγματος του προϊόντος. Προστίθενται 80 ml νερού και 20 ml διαλύματος νιτρικού οξέος 5% (v/v) (3.2).

5.1.2. Τοποθετείται το ποτήρι ζέσεως σε θερμαντήρα με μαγνητικό αναδευτήρα (4.2.) Αρχίζουμε την ανάδευση και θερμαίνουμε μέχρι βρασμού. Για να παρεμποδίσουμε τη γρήγορη ξήρανση, τοποθετούμε μια ύαλο ωρολογίου επάνω στο ποτήρι. Βράζουμε επί 5 λεπτά, απομακρύνουμε το ποτήρι από τον θερμαντήρα και ψύχουμε σε θερμοκρασία δωματίου.

5.1.3. Προστίθενται 10 ml ακετόνης (3.3), εμβαπτίζονται τα ηλεκτρόδια (4.3 και 4.4.) στο διάλυμα και αρχίζει ανάδευση.

Τιτλοδοτούμε ποτενσιομετρικά με πρότυπο διάλυμα νιτρικού αργύρου 0,1 M (3.4) και χαράζουμε διαφορική καμπύλη για να προσδιορίσουμε το τελικό σημείο (V ML).

6. Υπολογισμός

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε χλώριο του δείγματος σε ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα με τη βοήθεια του τύπου:

$$\% \text{ (m/m) χλωρίου} = \frac{0.3545 \times V}{m}$$

όπου:

m = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος που υποβλήθηκε σε ανάλυση (5.1.1.)

και

v = όγκος του νιτρικού αργύρου 01 M, σε ml που καταναλώθηκε μέχρι το τελικό σημείο της τιτλοδότησης (5.1.3.).

7. Επαναληψιμότητα([1])

Για περιεκτικότητα σε χλώριο ίση με 5% (m/m), διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που έχουν εκτελεστεί παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,10% (m/m).

Ε. Υπολογισμός των λόγων των ατόμων αλουμινίου προς άτομα ζιρκονίου, και των ατόμων αλουμινίου συν ζιρκονίου προς τα άτομα χλωρίου.

1. Υπολογισμός του λόγου των ατόμων αλουμινίου προς τα άτομα ζιρκονίου.

Υπολογίζεται ο λόγος Al: Zr με τη βοήθεια του τύπου:

$$\text{Λόγος Al: Zr} = \frac{\text{Al \% (m/m)} \times 91{,}22}{\text{Zr \%(m/m)} \times 26{,}98}$$

2. Υπολογισμός του λόγου των ατόμων αλουμινίου συν ζιρκονίου προς τα άτομα χλωρίου.

Υπολογίζεται ο λόγος (Al + Zr): Cl με τη βοήθεια του τύπου:

$$\text{Λόγος (Al + Zr): Cl} = \frac{\dfrac{\text{Al \% (m/m)}}{26{,}98} + \dfrac{\text{Zr \%(m/m)}}{91{,}22}}{\dfrac{\text{Cl\% (m/m)}}{35{,}45}}$$

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΠΟΣΟΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΕΞΑΜΙΔΙΝΗΣ ΤΗΣ ΔΙΒΡΩΜΟΕΞΑΜΙΔΙΝΗΣ ΤΗΣ ΔΙΒΡΩΜΟΠΡΟΠΑΜΙΔΙΝΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΧΛΩΡΟΕΞΙΔΙΝΗΣ

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής.

Η παρούσα μέθοδος περιγράφει την ανίχνευση και τον ποσοτικό προσδιορισμό:

– της εξαμιδίνης και των αλάτων της συμπεριλαμβανομένων του ισαιθειονικού και του 4 - υδροξυβενζοϊκού,

– της διβρωμοεξαμιδίνης και των αλάτων της συμπεριλαμβανομένου του ισαιθειονικού,

– της διβρωμοπροπαμιδίνης και των αλάτων της συμπεριλαμβανομένου του ισαιθειονικού,

– της διοξικής της διγλυκονικής και της διθυδροχλωρικής χλωροεξιδίνης, στα καλλυντικά προϊόντα.

2. Ορισμός

Οι συγκεντρώσεις εξαμιδίνης, διβρωμοεξαμιδίνης, διβρωμοπροπαμιδίνης και χλωροεξιδίνης που υπολογίζονται με τη μέθοδο αυτή εκφράζονται ως ποσοστό επί τοις εκατό κατά μάζα (% m/m).

3. Αρχή

Η ανίχνευση και ο ποσοστικός προσδιορισμός διενεργούνται με υγρή χρωματογραφία υψηλής απόδοσης (HPLC) ανταλλαγής ιόντων σε ανεστραμμένη φάση, που ακολουθείται από φασματοφωτομετρική ανίχνευση σε υπεριώδες μήκος κύματος. Η εξαμιδίνη, η διβρωμοεξαμιδίνη, η διβρωμοπροπαμιδίνη και η χλωροεξιδίνη ανιχνεύονται με βάση τους χρόνους κατακράτησης τους στη χρωματογραφική στήλη

([1]) ISO 5725.

4. Αντιδραστήρια

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας και κατάλληλα για την HPLC όπου απαιτείται.

4.1. Μεθανόλη

4.2. Μονοϋδρικό άλας νατρίου του 1 - επτανοσουλφονικού οξέος.

4.3. Οξικό οξύ, παγόμορφο (d_{20} = 1,05 g(ml).

4.4. Χλωριούχο νάτριο.

4.5. Κινητές φάσεις.

4.5.1. Διαλύτης I: μεθανολικό διάλυμα 0,005 M του μονοϋδρικού άλατος νατρίου του 1 - επτανοσουλφονικού οξέως (4.2) του οποίου το φαινόμενο pH έχει ρυθμιστεί σε 3,5 με παγόμορφο οξικό οξύ (4.3).

4.5.2. Διαλύτης II: υδατικό διάλυμα 0,005 M του μονοϋδρικού άλατος νατρίου του 1 - επτανοσουλφονικού οξέως (4.2) του οποίου το pH έχει ρυθμιστεί σε 3,5 παγόμορφο οξικό οξύ (4.3).

Σημείωση: Αν χρειάζεται να βελτιωθεί η μορφή των κορυφών, οι κινητές φάσεις μπορούν να τροποποιηθούν και να παρασκευαστούν ως εξής:

– Διαλύτης I: διαλύονται 5,85 g χλωριούχου νατρίου (4.4) και 1,1013 g μονοϋδρικού άλατος νατρίου του 1 - επτανοσουλφονικού οξέως (4.2) σε 100 ml νερού. Προστίθενται 900 ml μεθανόλης (4.1.) και με τη βοήθεια παγόμορφου οξικού οξέος (4.3) ρυθμίζεται το φαινόμενο pH σε 3,5.

– Διαλύτης II: Διαλύονται 5,85 χλωριούχου νατρίου (4.4) και 1,1013 g μονοϋδρικού άλατος νατρίου του 1 - επτανοσουλφονικού οξέως (4.2) σε 1 λίτρο νερού και με τη βοήθεια παγόμορφου οξικού οξέος (4.3) ρυθμίζεται το pH σε 3,5.

4.6. Διισαιθειονική εξαμιδίνη [$C_{20}H_{26}N_4O_2\,2C_2H_6O_4S$]

4.7. Διισαιθειονική διβρωμοεξαμιδίνη [$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2\,2\text{-}C_2H_4O_4S$]

4.8 Διισαιθειονική διβρωμοπροπαμιδίνη [$C_{17}H_{18}Br_2\text{-}N_4O_2\,2C_2H_4O_4S$]

4.9 Διοξική χλωροεξιδίνη [$C_{22}H_{38}Cl_2N_{10}\,2C_2H_4O_2$]

4.10 Διαλύματα αναφοράς: παρασκευάζονται διαλύματα 0,05 % (m/v) καθενός από τα τέσσερα συντηρητικά (4.6 έως 4.9) στο διαλύτη I (4.5.1).

4.11. 3,4,4́ - Τριχλωροκαρβανιδίλιο (τρικλοκαρβάνη)

4.12 4,4́ - Διχλωρο - 3 - (τριφθορομέθυλο) καραβανιλίδιο (αλοκαρβάνη)

5. Εξοπλισμός

5.1. Συνήθης εξοπλισμός εργαστηρίου

5.2. Συσκευή της υγρής χρωματογραφίας υψηλής απόδοσης με ανιχνευτή υπεριδώους ακτινοβολίας μεταβλητού μήκους κύματος.

5.3. Αναλυτική στήλη: ανοξείδωτος χάλυβας, μήκος 30 cm, εσωτερική διάμετρος 4 mm, γεμισμένη με μ-Bondapack C10, 10 μM, ή ισοδύναμο.

5.4. Λουτρό υπερήχων

6. Ανίχνευση

6.1. Παρασκευή του δείγματος.

Σε ογκομετρική φιάλη των 10 ml ζυγίζονται περίπου 0,5 g του δείγματος και συμπληρώνεται ο όγκος με το διαλύτη I (4.5.1). Η ογκομετρική φιάλη τοποθετείται επί 10 λεπτά σε λουτρό υπερήχων (5.4) και ακολουθεί διήθηση ή φυγοκέντρηση. Το διήθημα ή το υπερκείμενο υγρό συλλέγεται προκειμένου να χρησιμοποιηθεί στην χρωματογραφία.

6.2. Χρωματογραφία

6.2.1. Διαβάθμιση της κινητής φάσης.

Χρόνος (min)	Διαλύτης I (% v/v) (4.5.1)	Διαλύτης II (% v/v) (4.5.2)
0	50	50
15	65	35
30	65	35
40	50	50

6.2.2. Η ταχύτητα ροής της κινητής φάσης (6.2.1) ρυθμίζεται σε 1,5 ml/min και η θερμοκρασία της στήλης στους 35°C.

6.2.3. Ο ανιχνευτής ρυθμίζεται στα 264 mm.

6.2.4. Εισάγονται με ένεση 10 μl από κάθε διάλυμα αναφοράς (4.10) και καταγράφονται τα χρωματογραφήματά τους.

6.2.5. Εισάγονται με ένεση 10 μl του διαλύματος δείγματος (6.1) και καταγράφεται το χρωματογράφημά του.

6.3. Ανιχνεύεται η παρουσία εξαμιδίνης, διβρωμοεξαμιδίνης, διβρωμοπροπαμιδίνης και χλωροεξιδίνης συγκρίνοντας τους χρόνους κατακράτησης των κορυφών που καταγράφηκαν στο σημείο 6.2.5. με εκείνους που ελήφθησαν από τα διαλύματα αναφοράς στο σημείο 6.2.4.

7. Ποσοτικός προσδιορισμός

7.1. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων.

Ένα από τα συντηρητικά (4.6 έως 4.9) που δεν απαντάται στο δείγμα χρησιμοποιείται ως εσωτερικό πρότυπο. Αν αυτό δεν είναι δυνατό, μπορεί να χρησιμοποιηθεί τρικλοκαρβάνη (4.11) ή αλοκαρβάνη (4.12).

7.1.1. Μητρικό διάλυμα 0,05% (m/v) του συντηρητικού που ανιχνεύτηκε στο σημείο 6.3. στο διαλύτη I (4.5.1).

7.1.2. Μητρικό διάλυμα 0,05% (m/v) του συντηρητικού που επιλέχτηκε ως εσωτερικό πρότυπο στο διαλύτη I (4.5.1).

7.1.3. Για κάθε συντηρητικό που ανιχνεύτηκε παρασκευάζονται τέσσερα πρότυπα διαλύματα μεταφέροντας σε μια σειρά ογκομετρικών φιαλών των 10 ml ποσότητες του μητρικού διαλύματος του συντηρητικού που ανιχνεύτηκε (7.1.1) και κατάλληλες ποσότητες του μητρικού διαλύματος του εσωτερικού προτύπου (7.1.2) σύμφωνα με τον παρακάτω πίνακα. Συμπληρώνεται ο όγκος κάθε φιάλης με το διαλύτη I (4.5.1) και αναμειγνύεται.

Πρότυπο διάλυμα	Μητρικό διάλυμα του εσωτερικού προτύπου	Μητρικό διάλυμα του συντηρητικού που ανιχνεύτηκε	
	προστιθέμενα ml (7.1.2)	προστιθέμενα ml (7.1.1)	(μg/ml)(*)
I	1,0	0,5	25
II	1,0	1,0	50
III	1,0	1,5	75
IV	1,0	2,0	100

(*) Οι τιμές αυτές δίνονται ενδεικτικά και αντιστοιχούν στις συγκεντρώσεις του συντηρητικού που ανιχνεύτηκε στα πρότυπα διαλύματα που παρασκευάστηκαν με χρησιμοποίηση μητρικού διαλύματος περιεκτικότητας ακριβώς 0,05% σε συντηρητικό που ανιχνεύτηκε.

7.2. Παρασκευή του δείγματος.

7.2.1. Σε ογκομετρική φιάλη των 10 ml ζυγίζονται με ακρίβεια περίπου 0,5 (p gram) δείγματος προστίθεται 1,0 ml του εσωτερικού πρότυπου διαλύματος (7.1.2) και 6 ml διαλύτη I (4.5.1) και αναμειγνύονται.

7.2.2. Η ογκομετρική φιάλη τοποθετείται επί 10 λεπτά σε λουτρό υπερήχων (5.4). Μετά από ψύξη, συμπληρώνεται ο όγκος με διαλύτη και αναμειγνύεται. Ακολουθεί φυγοκέντρηση ή διήθηση με πτυχωτό ηθμό. Συλλέγεται το υπερκείμενο υγρό ή το διήθημα, ανάλογα με την περίπτωση για τη χρωματογραφική ανάλυση.

7.3. Χρωματογραφία

7.3.1. Η διαβάθμιση της κινητής φάσης, η ταχύτητα ροής της, η θερμοκρασία της στήλης και το μήκος κύματος του ανιχνευτή της συσκευής HPLC (5.2) ρυθμίζονται στις συνθήκες που απαιτούνται κατά το στάδιο της ανίχνευσης (6.2.1 ως 6.2.3)

7.3.2. Εισάγονται με ένεση 10 μl του διαλύματος δείγματος (7.2.2) και μετριέται το εμβαδόν των κορυφών. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται με άλλα 10 μl του διαλύματος δείγματος μέχρι να ληφθούν σταθερά αποτελέσματα. Υπολογίζεται και ο λόγος των εμβαδών μεταξύ της κορυφής της προσδιοριζόμενης ένωσης και της κορυφής του εσωτερικού προτύπου.

7.4. Βαθμονόμηση

7.4.1. Εισάγονται με ένεση 10 μl από κάθε πρότυπο διάλυμα (7.1.3) και μετριούνται τα εμβαδά των κορυφών.

7.4.2. Για κάθε πρότυπο διάλυμα (7.1.3), υπολογίζεται ο λόγος των εμβαδών μεταξύ της κορυφής της εξαμιδίνης ή της διβρωμοεξαμιδίνης ή της διβρωμοπροπαμιδίνης ή της χλωροεξιδίνης και της κορυφής του εσωτερικού προ-

τύπου. χαράσσεται μια καμπύλη βαθμονόμησης τοποθετώντας τους λόγους των εμβαδών στον άξονα των τεταγμένων και τις αντίστοιχες συγκεντρώσεις του συντηρητικού που ανιχνεύτηκε στα πρότυπα διαλύματα, σε μικρογραμμάρια ανά ml, στον άξονα των τετμημένων.

7.4.3. Από την καμπύλη βαθμονόμησης (7.4.2) βρίσκεται η συγκέντρωση του ανιχνευθέντος συντηρητικού η οποία αντιστοιχεί στο λόγο των εμβαδών των κορυφών που υπολογίστηκε στο σημείο 7.3.2.

8. Υπολογισμός.

8.1 Υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε εξαμιδίνη, διβρωμοεξαμιδίνη, διβρωμοπροπαμιδίνη ή χλωροξιδίνη του δείγματος, ως ποσοστό μάζας με τη βοήθεια του τύπου:

$$\% \, (m/m) = \frac{c}{1000 \times p} \times \frac{MB_1}{MB_2}$$

όπου:

p = μάζα σε γραμμάρια του δείγματος που λαμβάνεται για ανάλυση (7.2.1).

c = συγκέντρωση του συντηρητικού στο διάλυμα δείγματος σε μικρογραμμάρια ανά ml, η οποία προκύπτει από την καμπύλη βαθμονόμησης.

MB_1 = μοριακό βάρος της βασικής μορφής του υπάρχοντος συντηρητικού.

MB_2 = μοριακό βάρος του αντίστοιχου άλατος (βλέπε σημείο 10).

9. Επαναληψιμότητα ([1]).

Για περιεκτικότητα εξαμιδίνης, διβρωμοεξαμιδίνης, διβρωμοπροπαμιδίνης ή χλωροεξιδίνης ίση με 0,1 % (m/m), η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που εκτελούνται παράλληλα στο ίδιο δείγμα δεν πρέπει να υπερβαίνει το 0,005%.

10. Πίνακας μοριακών βαρών.

Εξαμιδίνη	$C_{20}H_{26}N_4O_2$	354,45
Διισαιθειονική εξαμιδίνη	$C_{20}H_{26}N_4O_2\text{-}2C_2H_6O_4S$	606,72
Δι-π-υδροξυβενζοϊκή εξαμιδίνη	$C_{20}H_{26}N_4O_2\text{-}2C_2H_6O_4$	630,71
Διβρωμοεξαμιδίνη	$C_{20}H_{24}Br_2N_4O_2$	512,24
Διισαιθειονική διβρωμοεξαμιδίνη	$C_{20}JH_{24}Br_2N_4O_2\text{-}2C_2H_4O_2S$	764,51
Διβρωμοπροπαμιδίνη	$C_{17}H_{14}Br_2N_4O_2$	470,18
Διισαιθειονική διβρωμοπροπαμιδίνη	$C_{17}H_{18}Br_2N_4O_2\text{-}2C_2H_4O_2S$	722,43
Χλωροεξιδίνη	$C_{22}H_{18}Cl_2N_{10}$	505,45
Διοξική χλωροεξιδίνη	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}2C_2H_4O_2$	625,56
Διγλουκονική χλωροεξιδίνη	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\text{-}2C_2H_{12}O_7$	897,76
Διυδροχλωρική χλωροεξιδίνη	$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\text{-}2HCl$	578,37

Άρθρο 3

Η ισχύς της παρούσας Υπουργικής Απόφασης αρχίζει από τις 30 Σεπτεμβρίου 1994.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 25 Οκτωβρίου 1994

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
Γ. ΠΑΠΑΝΤΩΝΙΟΥ

ΥΦΥΠ. ΥΓΕΙΑΣ, ΠΡ. & ΚΟΙΝ. ΑΣΦ/ΣΕΩΝ
Ν. ΦΑΡΜΑΚΗΣ

ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ

Εκδίδει την ΕΦΗΜΕΡΙΔΑ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ από το 1833

Διεύθυνση : Καποδιστρίου 34
Ταχ. Κώδικας : 104 32
TELEX : 22.3211 YPET GR
FAX : 5234312

Οι υπηρεσίες του **ΕΘΝΙΚΟΥ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟΥ** λειτουργούν καθημερινά από **8.00'** έως **13.00'**

ΧΡΗΣΙΜΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ

* Πώληση ΦΕΚ όλων των Τευχών Σολωμού 51 τηλ.: 52.39.762
* ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ: Σολωμού 51 τηλ.: 52.48.188
* Για φωτοαντίγραφα παλαιών τευχών στην οδό Σολωμού 51 τηλ.: 52 48 141
* Τμήμα πληροφόρησης: Για τα δημοσιεύματα των ΦΕΚ Σολωμού 51 τηλ 52.25.713 – 52.49.547

* Οδηγίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.48.785
Πληροφορίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.25.761

* Αποστολή ΦΕΚ στην επαρχία με καταβολή της αξίας του δια μέσου Δημοσίου Ταμείου Για πληροφορίες: τηλ.: 52.48.320

Τιμές κατά τεύχος της ΕΦΗΜΕΡΙΔΑΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ:

Κάθε τεύχος μέχρι 8 σελίδες δρχ. 100. Από 9 σελίδες μέχρι 16 δρχ. 150, από 17 έως 24 δρχ. 200

Από 25 σελίδες και πάνω η τιμή πώλησης κάθε φύλλου (8σέλιδου ή μέρους αυτού) αυξάνεται κατά 50 δρχ.

Μπορείτε να γίνετε συνδρομητής για όποιο τεύχος θέλετε. Θα σας αποστέλλεται με το Ταχυδρομείο.

ΕΤΗΣΙΕΣ ΣΥΝΔΡΟΜΕΣ

Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 2531	Η ετήσια συνδρομή είναι:	Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 3512 — Ποσοστό 5% υπέρ του Ταμείου Αλληλοβοηθείας του Προσωπικού (ΤΑΠΕΤ)
α) Για το Τεύχος Α'	Δρχ. 15.000	Δρχ. 750
β) » » » Β'	» 30.000	» 1.500
γ) » » » Γ'	» 10.000	» 500
δ) » » » Δ'	» 30.000	» 1.500
ε) » » » Αναπτυξιακών Πράξεων	» 20.000	» 1.000
στ) » » » Ν.Π.Δ.Δ.	» 10.000	» 500
ζ) » » » ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ	» 5.000	» 250
η) » » » Δελτ. Εμπ.& Βιομ. Ιδ.	» 10.000	» 500
θ) » » » Αν. Ειδικού Δικαστηρίου	» 3.000	» 150
ι) » » » Α.Ε. & Ε.Π.Ε.	» 200.000	» 10.000
ια) Για όλα τα Τεύχη εκτός ΤΑΕ-ΕΠΕ	» 100.000	» 5.000

Πληροφορίες: τηλ. 52.48.320

ΑΠΟ ΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ